

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-102156

(43) 公開日 平成10年(1998)4月21日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

### 識別記号

F I  
C 2 2 B 11/06  
3/00

H

審査請求 未請求 請求項の数2 O.L. (全 5 頁)

(21) 出圖番號 特願平8-256337

(22)出願日 平成8年(1996)9月27日

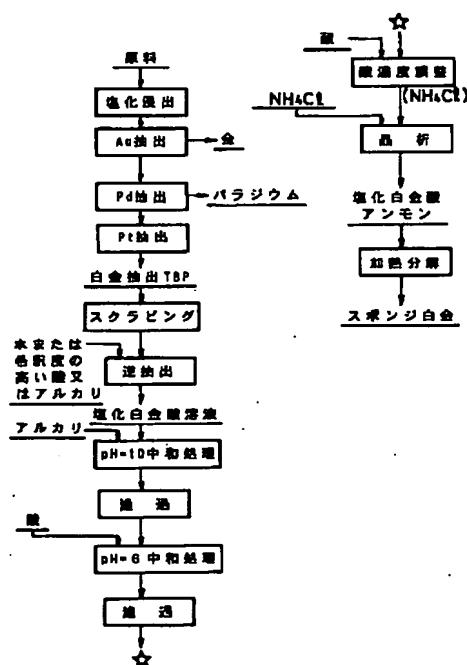
(71)出願人 397027134  
日鉄金属株式会社  
東京都港区虎ノ門二丁目10番1号  
(72)発明者 成田 勝利  
茨城県日立市宮田町3453番地  
(74)代理人 弁理士 村井 順雄

(54) 【発明の名称】 白金の精製方法

(57) 【要約】

【課題】 金と白金族金属含有物の塩化物含有水溶液と塩化アンモニウムを接触させることによって、白金を塩化アンモニウム塩として沈殿させ、白金を抽出する方法において、白金中のテルル濃度を低下する。

【解決手段】 塩化アンモニウムとの接触に先立って、塩化物含有水溶液のpHを9～11次にpH 5～7の二段中和及び濾過を行い、その後濾過を施した液の酸濃度を0.01規定以上に調整する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 塩化白金酸水溶液と塩化アンモニウムを接触させることによって、白金を塩化アンモニウム塩として沈殿させる段階を含む白金の精製方法において、前記塩化アンモニウムとの接触に先立って、塩化白金酸溶液をpH9~11に、次いでpH5~7に中和処理し、それぞれの中和処理後に濾過を行う段階、及び前記濾過を施した液の酸濃度を0.05規定以上に調整する段階を有することを特徴とする白金の精製方法。

【請求項2】 塩化白金酸水溶液と塩化アンモニウムを接触させることによって、白金を塩化アンモニウム塩として沈殿させる段階を含む白金の精製方法において、前記塩化アンモニウムとの接触に先立って、塩化白金酸溶液をpH9~11に、次いでpH5~7に中和処理し、それぞれの中和処理後に濾過を行う段階、及び前記塩化アンモニウムの水溶液の酸濃度を0.05規定以上に調整する段階を有することを特徴とする白金の精製方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、貴金属の抽出方法に関するものであり、より詳しく述べるならば白金の純度を著しく高める精製方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 特公平1-30896号公報には、金と白金族金属を有価物として含有する塩化物水溶液から、金、白金、ルテニウム、オスミウム、バラジウム、イリジウムを連続的かつ選択的に除去する方法が開示されている。この方法による分離法を各金属について要約する\*

	原料溶液	ラフィネート
Te	0.6	0.23
Cu	0.06	0.05

前掲公報の方法では、有機溶媒抽出以外にテルル及び銅を除去する方法は行われていない。

【0005】 しかしながら、本発明者らは貴金属の抽出回収工程におけるこれら不純物元素の挙動につき検討したところ、白金晶析段階において塩化アンモニウム水溶液を添加する時点で、微量の不純物が加水分解によって沈殿すること、例えばテルルはTeO<sub>3</sub>として、銅は水酸化銅として沈殿して白金の純度を下げるを見出しだ。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明は上記したテルルによる純度低下を、塩化白金酸水溶液と塩化アンモニウムを接触させることによって、白金を塩化アンモニウム塩として沈殿させる段階を含む白金の精製方法において解消するものであって、その特徴とするところは、第一には、前記塩化アンモニウムとの接触に先立って、塩化白金酸溶液をpH9~11に、次いでpH5~7に中和処理し、それぞれの中和処理後に濾過を行う段階、及び

\*と、(a) ルテニウムとオスミウム：塩化物含有水溶液を酸化処理して沈殿として除去する；(b) 金：(a)の処理後ジブチルカルビトール(DBC)を用い溶媒抽出する；(c) バラジウム：(b)の処理後硫化ジアルキル(DHS-硫化ジーn-オクチル、硫化-ジーn-ヘキシル、硫化メチル-n-デシルなど)中に溶媒抽出する；(d) 白金：(b)の処理後、白金をリン酸トリプチル(TBP)により溶媒抽出し、白金(IV)に酸化し、これを塩化白金酸アンモニウムに変換し、その塩を強熱することにより白金を回収するなどである。白金抽出(d)の具体的な条件は、白金含有有機相を5規定の塩酸でスクラビングし、次いでスクラビングした有機相を0.2規定の塩酸でストリッピングし、ストリッピング液を塩素ガスで酸化して白金(IV)にし、その後塩化アンモニウム溶液により塩化白金酸アンモニウムを沈殿するというものである。

【0003】 なお、ヘキサクロロ塩酸-H<sub>2</sub>[PtCl<sub>6</sub>]に含有塩酸水溶液にNH<sub>4</sub>Clを添加することにより次式の反応を起こさせ、ヘキサクロロアンモニウム塩を晶析させることは良く知られており、前掲公報の方法でもこの方法により白金の晶析物を得ている。



## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 前掲公報の処理工程においてルテニウム除去前液中にはテルルは2.1g/L、銅は0.2g/L含有されており、その後の処理におけるこれら不純物の除去程度をみると、白金抽出工程においては次の濃度(g/L)になっている。

## スクラビング液 ストリッピング液

<0.005	0.06
0.02	<0.01

前記濾過を施した液の酸濃度を0.05規定以上に調整する段階を有する点にあり、第二には、前記塩化アンモニウムとの接触に先立って、塩化白金酸溶液をpH9~11に、次いでpH5~7に中和処理し、それぞれの中和処理後に濾過を行う段階、及び前記塩化アンモニウムの水溶液の酸濃度を0.05規定以上に調整する段階を有する点にある。以下本発明を図1に示すフローチャートに沿って詳しく説明する。

【0007】 貵金属を含有する錫鉱石製錬の蒸留残渣、銅の電解製錬の際の陽極スライム、その他の原料に塩化浸出を施し、塩化銀や塩化鉛などを浸出残渣として貴金属から分離する。

【0008】 続いて、ジブチルカルビトール(DBC)により金を塩化浸出溶液から抽出し、残った塩化浸出溶液からバラジウムを硫化-née-ヘキシル(DHS)により抽出し、続いて塩化浸出溶液から白金をリン酸トリプチル(TBP)により抽出する。白金を抽出したTBPを塩酸でスクラビングすると、TBPに含有されるC

u, Se, Pbなどの不純物をあらかじめ塩酸中に除去する。その後TBPから、水又は希釈度の高い酸又はアルカリ液により逆抽出を行い、塩化白金酸溶液を取り出す。

【0009】統いて、Cu, Teなどの不純物を除去するため、塩化白金酸溶液をpH 9~11に、次いでpH 5~7に中和処理し、各中和後に濾過を行う。中和のpHが低すぎると不純物は沈殿せず、pHが高過ぎても不純物が再溶解して白金との分離ができない。更に不純物によって沈殿を生じるpHが異なるために、一段階の中和で複数の不純物を除くことは難しい。例えば、テルルはpH=6で溶解度が最小になり、pHが高過ぎても低過ぎても白金溶液中に残存する。銅については、pH=3付近から水酸化物として沈殿が始まるが、pH=11を越えると水酸化物が再溶解する。このような理由からpH範囲が上述のように定められる。またpH 9~11での中和及びその後の濾過によって銅を沈殿させ、除去し、次にpH 5~7での中和及びその後の濾過によってテルルを沈殿させ除去することにより、これらの品位を非常に低下させることができる。

【0010】塩化白金酸溶液を上述のように一旦アルカリ側から中性にし、0.05規定以上となるようなHC1等で酸濃度を調整する。このとき好ましい酸濃度は0.05~1規定である。酸濃度の調整は、第2段濾過の濾液について行うか、あるいは塩化アンモニウム水溶液について行う。爾後の塩化アンモニウムの添加工程において、酸濃度の調整がされていない溶液中では局部的にpHが上昇しTeO<sub>2</sub>等の沈殿が起こるが、酸濃度を予め調整することにより局部的pH上昇を防止してTeO<sub>2</sub>等の沈殿を阻止することができる。

【0011】統いて、塩化アンモニウムの添加により白金を沈殿させると、沈殿物中のテルル濃度は非常に低くなる。このとき添加する塩化アンモニウムの水溶液の酸濃度を0.05規定以上となるように予め調整しておくことにより、上記の理由でTeO<sub>2</sub>等の沈殿を阻止する

ことができる。塩化白金酸アンモニウムの沈殿物を強熱により加熱分解してスポンジ白金を得る。以下実施例により本発明をより詳しく説明する。

【0012】

【実施例】図1のフローチャートにより下記条件で貴金属を抽出した。蒸留残渣（Pd含有量：3.3%，Pt含有量：1.3%，Au含有量：15.6%，Te含有量：44.5%，Cu含有量：2.0%，その他の不純物合計含有量：3.6%；固形分として11g）を0.104Lの塩化浸出溶液で浸出した液をDBC0.2Lと接触させ、金を抽出除去した。金を除去した液と硫化-n-ヘキシル0.189Lとを接触させ、バラジウムを抽出除去した。バラジウムを除去した液とTBP0.38Lと接触させた後TBPを5規定のHC1-0.42Lでスクラビングし、次に1.24Lの水で逆抽出した。逆抽出した塩酸溶液をNaOH水溶液によりpH=10まで中和し、濾過を行った。次に濾液をHC1水溶液によりpH=6まで中和し濾過を行った。前後2回の濾過は、いずれも濾紙により荒取りを行い、その後メンブランフィルターにより微細物を除去した。

【0013】その後、本発明の実施例として、pH調整後濾過により不純物を濾別した濾液に塩酸を添加して0.1規定に濃度調整した液に、塩化アンモニウムを水に溶解して、HC1濃度0.1規定に調整した液を用いて白金晶析を行った。また、比較として、比較例6~8は塩化アンモニウムを水に溶解したままの液で白金の晶析を行い、比較例9はpH調整による不純物の濾別をなくし、塩化アンモニウムを水に溶解したまま添加して白金の晶析を行った。濾過は濾紙で処理後メンブランフィルターで濾過処理をした。最終的に得られた白金の品位を表1に示す。

（以下余白）

【0014】

【表1】

試験区分		晶析前液濃度 (g/L)			Pt品位 (ppm)	
		Pt	Te	Cu	Te	Cu
実施例	1	2.0	0.5	0.5	<10	7
	2	3.0	0.5	0.5	<10	5
	3	7.0	0.5	0.5	<10	2
	4	10.0	0.5	0.5	<10	2
	5	20.0	0.5	0.5	<10	1
比較例	6	1.85	0.3	0.5	130	12
	7	2.15	0.3	0.5	110	13
	8	2.20	0.03	0.5	140	8
	9	2.20	0.03	0.5	3200	43

【0015】表1より酸濃度調整を行うと最終的Te及びCuの品位が10ppm未満と著しく低くなることが分かる。

【0016】爾後600°Cで加熱を行い、品位が99.95%以上のスponジ白金を回収した。

【0017】

【発明の効果】以上説明したように本発明によるとテルル及び銅濃度がppmオーダーの白金が得られるため20に、この性能向上が図ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明法のフローチャートの主要部を示す図である。

【図1】

